



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 464

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 06 10 80  
(21) PV 6715-80

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> D 06 M 15/14

(40) Zveřejněno 31 12 81  
(45) Vydáno 31 07 84

(75)

Autor vynálezu

KUDRNA STANISLAV ing. CSc.

JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54) Způsob výroby instantních prášků alkalických solí vysokomolekulárních polykyselin

Vynález řeší způsob výroby instantních prášků alkalických solí vysokomolekulárních polykyselin, jejichž roztoků se používá zejména jako antistatických a pomocných textilních přípravků, přísad do škrobových lepidel a tužidel. Podstatou vynálezu je přidavek polyetylglykolu k roztoku solí vysokomolekulární polykyseliny při pH 6,5 až 8,5 a následující sušení roztoku na rozprašovací sušárně, přičemž vzniknou duté kuličky, rychle a snadno rozpustné ve vodě.

Vynález se týká způsobu výroby instantních prášků alkalických solí vysokomolekulárních polykyselin, vzniklých kopolymerací ethylenických monomerů a  $\alpha, \beta$ -ethylenicky nenasycených kyselin nebo anhydridů těchto kyselin, používaných zejména jako antistatických a pomocných textilních přípravků, přísad do škrobových lepidel a tužidel.

Vodných roztoků alkalických solí vysokomolekulárních polyfunkčních kyselin je v průmyslu používáno pro antistatickou úpravu povrchů plastických hmot, folií a vláken. Dále našly tyto roztoky použití jako povrchově aktivní přípravky, avivážní prostředky a šlichtovací prostředky pro úpravu textilních vláken. Jejich vynikající lepivost umožnila jejich využití jako přísad do škrobových lepidel.

Příprava vodných roztoků alkalických solí těchto kopolymerů je popsána a známa v několika variantách. Stále však zůstává nespornou nevýhodou jejich obtížná transportovatelnost. Zpracovatelné roztoky solí těchto kopolymerů mají obsah soli většinou 25 až 30 % hmotnostních, neboť při vyšší koncentraci ztrácí roztoky prudce tekutost vlivem narůstající tixotropie. Tím je krajně omezeno jejich přímé přečerpávání a transport v cisternách, zvláště za snížených teplot pod bodem mrazu.

Optimálním technickým řešením je převod produktu do suchého stavu a je přeprava jako prášku. Dosavadní pokusy o přípravu práškovitého produktu však nedaly žádoucí výsledek z několika důvodů. Především základním požadavkem je zachování produktu v takovém stavu, který umožňuje opětné rozpuštění ve vodě beze zbytku a v krátké době. Dále je třeba stabilisovat vysušený prášek tak, aby tvořil definované částičky - optimálně duté kuličky s malým rozptylem středního objemově povrchového průměru částic. Jednotlivé částičky se nesmějí při běžných teplotách a vlhkostech prostředí slepovat, musí zachovat sypkost při skladování, dopravě a zpracování. Nakonec velmi důležitou podmínkou zpracovatelnosti je přímá rozpustnost práškové soli kopolymeru ve vodě bez fáze bobtnání, ve které se jednotlivé nabobtnalé částice slepují, tvoří solvatované shluky, jejichž rozpouštění je pak velmi pomalé a neúměrně prodlužuje další operace zpracování.

I když soli kopolymerů uvedeného typu se suší relativně snadno, není u nich dosahováno žádoucích vlastností, a proto tato technologie není prakticky používána. Všeobecně se používá nepřímého postupu, kdy se připraví suchý práškový kopolymer jako polymerní polykyselina, který se při dalším zpracování rozpouští ve vodném roztoku alkalického hydroxidu. Rozpouštění je sice pomalé a typické zdlouhavým a pomalým bobtnáním vznikající soli, avšak skladování a přeprava práškového kopolymeru je téměř bez problémů. Kromě toho nutnost použití poměrně koncentrovaných roztoků alkalických hydroxidů je pro většinu zpracovatelů v lehkém průmyslu technicky nepřijatelná a dává se všeobecně přednost používání solí těchto kopolymerů pro uvedené účely ve formě vodných koncentrovaných roztoků.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby instantních prášků alkalických solí

vysokomolekulárních polykyselin, vzniklých kopolymerací ethylenických monomerů a  $\alpha$ ,  $\beta$ -ethylenicky nenasycených kyselin nebo anhydridů těchto kyselin, například styrenu a maleinanhydridu a neutralisací vzniklého kopolymeru alkalickými hydroxidy podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se k vodnému roztoku soli uvedeného kopolymeru přidá 0,1 až 10 % hmot. polyetylglykolu s molekulovou hmotností v rozmezí 4 000 až 8 000, pH roztoku se upraví do rozmezí 6,5 až 8,5, (s výhodou 7,5 až 8) a roztok se suší v proudu teplého vzduchu na rozprašovací sušárně do vytvoření suchých dutých kuliček.

Vlastní technologický postup má dva stupně. V prvním stupni se do teplého roztoku alkalické soli polymerní polykyseliny přidá polyetylglykol s molekulovou hmotností v rozmezí 4 000 až 8 000, který vhodně plastifikuje vlastní filmotvornou složku roztoku, tj. alkalickou polymerní sůl a výhodně upravuje vlastnosti kuliček suchého prášku tak, že při relativních vlhkostech prostředí do 85 % nedochází ke slepování jednotlivých částic ani při dlouhodobé expozici.

Druhý stupeň úpravy spočívá v nastavení pH roztoku do rozmezí 6,5 až 8,5 přičemž maximálního efektu se dosáhne při nastavení pH na hodnotu 7,5 až 8,0. Tato úprava zajišťuje především správnou regulaci vzájemného poměru rychlostí bobtnání a rozpouštění prášku ve vodě, zvláště při zvýšených teplotách. Současně se příznivě projevuje vliv této úpravy na reologické vlastnosti roztoku rozprašovaného při sušení, zvláště v úzkém rozmezí hodnot pH 7,5 až 8,0, kdy se minimálně projevují tixotropické vlastnosti zahuštěného roztoku a rozptylované kapky roztoku mají velmi rovnoměrné rozdělení.

Tímto postupem vzniklý prášek se skládá z dutých částic kulových o středním objemově povrchovém průměru 30 až 50 mikrometrů, stabilních při dlouhodobé expozici v podmínkách běžných i zvýšených relativních vlhkostí vzduchu a lehce rozpustných ve vodě studené i při zahřívání a za varu.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

#### Příklad 1

V reaktoru se připraví kopolymer styrenu a maleinanhydridu kopolymerací v acetonu při 58 °C. Vzniklý roztok kopolymeru se postupně přepouští samospádem nebo přetlačuje pod tlakem do druhého reaktoru, v němž je připraven vodný roztok hydroxidu sodného ve stechiometrickém poměru, zahřátý na teplotu vyšší, než je bod varu acetonu. Postupným přidáváním roztoku kopolymeru se oddestiluje aceton do předlohy a v reaktoru vznikne vodný roztok sodné soli kopolymeru, jehož hmotnostní koncentrace se upraví na 30 %.

K připravenému roztoku se přidá polyetylglykol 6 000 v množství 0,1 % na sušinu a rozmíchá se. Potom se přidávkem dalšího množství hydroxidu sodného upraví pH roztoku na hodnotu 8,2. Touto operací se dosavadní viskozita roztoku, dosahující 6 000 až 10 000 mPa.s sníží do rozmezí 1 000 až 2 000 mPa.s/20 °C.

Takto upravený roztok s teplotou 80 °C (viskozita při této teplotě 190 mPa.s) a obsahem sušiny cca 30 % hmot. se suší na poloprovozní rozprašovací sušárně.

Režim sušení:

| Vzorek | Teplota vzduchu °C |        | Obsah vlhkosti ve vzorku, % hmot. |        |
|--------|--------------------|--------|-----------------------------------|--------|
|        | vstup              | výstup | Komora                            | cyklon |
| 1      | 165                | 72     | 5,8                               | 1,9    |
| 2      | 200                | 87     | 6,2                               | 2,0    |
| 3      | 250                | 102    | 4,3                               | 1,2    |

Usušená substance tvoří duté kuličky o sypné hmotnosti 450 až 480 kg/m<sup>3</sup>, které se při zpracování rozpouští ve vodě při teplotě 90 °C bez tvorby nabobtnalých shluků ve velmi krátké době a beze zbytku. Prášek se pro dopravu balí do polyetylenových pytlů nebo do kovových soudků. V tomto stavu je schopen dopravy v různých klimatických pásech bez pozorovatelného zhoršení vlastností.

#### Příklad 2

V reaktoru se připraví kopolymer 2-ethylhexylakrylátu a methakrylové kyseliny v molárním poměru 1 : 1,6 kopolymerací v methylacetátu za přítomnosti benzoylperoxidu jako iniciátoru.

V druhém reaktoru se připraví roztok hydroxidu draselného ve vodě ve stechiometrickém poměru ke složení kopolymeru a zahřeje se na 85 °C. Z prvního reaktoru do druhého se roztok kopolymeru postupně přečerpává zubovým čerpadlem takovou rychlostí, aby se stačil plynule odpařovat methylacetát a tvořila se sůl kopolymeru, která se okamžitě rozpouští.

Výsledný roztok draselné soli kopolymerní polykyseliny ve vodě má hmotnostní koncentraci cca 25 % a viskozitu 5 000 až 8 000 mPa.s/20 °C. K roztoku se za míchání při teplotě 85 °C přidá 8 % hmot. polyetylen glykolu s průměrnou molekulovou hmotností 4 500 (vztaženo na sušinu roztoku). Po rozmíchání se upraví pH roztoku na 7,5 m, čímž jeho viskozita klesne na 1 000 až 1 500 mPa.s/20 °C. Připravený roztok se suší na rozprašovací sušárně.

Režim sušení:

|                            |              |
|----------------------------|--------------|
| teplota vzduchu na vstupu  | 220 °C       |
| teplota vzduchu na výstupu | 103 °C       |
| obsah vlhkosti v produktu  | 1,92 % hmot. |

Usušená substance tvoří duté kuličky, nelepivé, o sypné hmotnosti 410 kg/m<sup>3</sup>. Zpracovatelské vlastnosti produktu jsou identické s vlastnostmi produktu dle příkladu 1.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby instantních prášků alkalických solí vysokomolekulárních polykyselin, vzniklých kopolymerací ethylenických monomerů a  $\alpha, \beta$ -ethylenicky nenasycených kyselin nebo anhydridů těchto kyselin, například styrenu a maleinanhydridu a neutralizací vzniklého kopolymeru alkalickými hydroxidy, například hydroxidem sodným, vyznačující se tím, že se k vodnému roztoku soli uvedeného kopolymeru přidá 0,1 až 10 hmotnostních % polyetylenglykolu s molekulovou hmotností 4 000 až 8 000, pH roztoku se upraví do rozmezí 6,5 až 8,5 (s výhodou 7,5 až 8,0) a roztok se suší v proudu teplého vzduchu na rozprašovací sušárně do vytvoření suchých dutých kuliček.